

Detergen cuci cair – Bagian 1: Untuk pakaian



© BSN 2017

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Persyaratan mutu	1
5 Pengambilan contoh	2
6 Cara uji	2
7 Penandaan	12
8 Pengemasan	12
Lampiran A (informatif) Lembar data uji botol tertutup	13
Bibliografi	15
 Tabel 1 - Persyaratan mutu detergen cuci cair untuk pakaian	 1

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 4075-1:2017, *Detergen cuci cair – Bagian 1: Untuk pakaian* ini merupakan revisi dari SNI 06-4075-1996, *Deterjen cuci cair*. Standar ini direvisi dan dirumuskan dengan tujuan sebagai berikut:

- Menyesuaikan standar dengan perkembangan teknologi terutama dalam metode uji dan persyaratan mutu;
- Menyesuaikan standar dengan peraturan-peraturan baru yang berlaku;
- Melindungi kesehatan konsumen;
- Menjamin kelangsungan lingkungan hidup

Perubahan yang terjadi pada standar ini adalah istilah dan definisi, kriteria syarat mutu dengan tidak memisahkan konsentrat dan biasa, merubah persyaratan mutu untuk bahan aktif, dan menambahkan kriteria daya biodegradasi surfaktan.

Standar ini merupakan bagian dari seri SNI 4075, *Detergen cuci cair* yang terdiri dari 2 bagian yaitu :

- Bagian 1 : untuk pakaian
- Bagian 2 : untuk alat dapur

Standar ini dirumuskan oleh Komite Teknis 71-03, Kimia Pembersih, yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 11 Juni 2015 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari konsumen, produsen, lembaga pengujian, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi, dan instansi terkait lainnya.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 3 November 2015 sampai dengan tanggal 1 Januari 2016 dan rapat pembahasan hasil jajak pendapat dilaksanakan pada tanggal 11 Juli 2017 dengan hasil disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Detergen cuci cair – Bagian 1: Untuk pakaian

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji detergen cuci cair yang digunakan untuk pakaian, terutama yang mengandung senyawa aktif surfaktan.

2 Acuan normatif

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dokumen ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

3.1

detergen cuci cair

suatu senyawa atau campuran berbentuk cairan homogen yang mengandung sabun dan atau surfaktan yang dimaksudkan untuk proses mencuci dan membersihkan pakaian tanpa menimbulkan iritasi pada kulit

3.2

daya biodegradasi

tingkat kemudahan bahan terurai secara alamiah (dengan mikroorganisme)

3.3

surfaktan

suatu senyawa organik dan atau campuran yang digunakan dalam detergen, bahan aktif permukaan yang terdiri gugus hidrofilik (larut dalam air) dan gugus hidrofobik (sedikit larut dalam air atau tidak larut dalam air) yang bekerja menurunkan tegangan permukaan air

4 Persyaratan mutu

Persyaratan mutu detergen cuci cair untuk pakaian sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Persyaratan mutu detergen cuci cair untuk pakaian

No	Kriteria	Satuan	Persyaratan
1	pH, 1%	-	5-10
2	Bahan tidak larut dalam air	fraksi massa, %	maks. 0,1
3	Total kadar surfaktan	fraksi massa, %	min. 14
4	<i>Specific Gravity (25 °C/25 °C)</i>	-	1,0 – 1,5
5	Daya biodegradasi surfaktan	%	Min. 60
CATATAN Syarat mutu daya biodegradasi surfaktan minimal 60% disesuaikan dengan metode uji yang digunakan yaitu OECD 301D			

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Cara uji

6.1 pH

6.1.1 Prinsip

Pengukuran pH berdasarkan aktivitas ion hidrogen secara potensiometri dengan menggunakan pH meter.

6.1.2 Pereaksi

- Air suling
Air suling yang dididihkan untuk menghilangkan CO₂. pH air antara 6,2 – 7,2 pada 25 °C. Jika dipanaskan pada 105 °C selama 1 jam, sisa penguapan tidak lebih dari 0,5 mg/l.
- Larutan standar buffer pH 4;
- Larutan standar buffer pH 7;
- Larutan standar buffer pH 10;

6.1.3 Peralatan

- pH meter;
- Pengaduk magnetik;
- Labu ukur 1.000 ml;
- Gelas piala;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Termometer dengan ketelitian 0,1°C.

6.1.4 Persiapan larutan contoh uji

- Timbang ($1 \pm 0,001$) g contoh uji detergen dan pindahkan ke dalam labu ukur 1.000 ml;
- Isi sebagian labu dengan air suling bebas CO₂ dan aduk hingga contoh uji terlarut;
- Tambahkan air suling bebas CO₂ hingga tanda tera, tutup labu ukur dan homogenkan;
- Tuang larutan ke dalam gelas piala;
- Diamkan larutan untuk mencapai kesetimbangan pada suhu ruang ($25 \pm 2,0$) °C.

6.1.5 Prosedur

- Kalibrasi pH meter dengan larutan standar buffer;
- Bilas dengan air suling bebas CO₂ dan keringkan elektroda dengan tisu;
- Celupkan elektroda ke dalam larutan contoh uji sambil diaduk;
- Catat hasil pembacaan pH pada tampilan pH meter.

6.2 Bahan tidak larut dalam air

6.2.1 Prinsip

Bahan tidak larut dalam air yang tertinggal pada penyaring, dikeringkan serta ditimbang sampai bobot tetap.

6.2.2 Pereaksi

- a. Fenolftalein;
- b. Etanol netral (95%); yang baru dipanaskan kemudian netralkan dengan air menggunakan indikator fenolftalein;
- c. Etanol netral (absolut); yang baru dipanaskan kemudian netralkan dengan air menggunakan indikator fenolftalein.

6.2.3 Peralatan

- a. Gelas piala 250 ml;
- b. Erlenmeyer 300 ml;
- c. Pompa vakum;
- d. Penangas air;
- e. Pengaduk;
- f. Cawan Gooch;
- g. *Glass wool pad*;
- h. Labu volumetri 250 ml;
- i. Kertas saring dengan ukuran porositas maksimal 200 μm ;
- j. Desikator;
- k. Neraca analitik dengan ketelitian 1 mg;
- l. Oven (105 ± 2) $^{\circ}\text{C}$.

6.2.4 Prosedur

- a. Timbang ($2 \pm 0,001$) g contoh dan masukkan ke dalam gelas piala 250 ml;
- b. Tambahkan 100 ml etanol netral 95%, tutup gelas piala kemudian panaskan di atas penangas air sambil diaduk dan maserasi sampai larut sempurna, biarkan mengendap;
- c. Saring larutan supernatant (larutan bagian atas) dengan menggunakan cawan Gooch dengan *glasswool pad* yang telah diketahui bobot tetapnya (w_1) ke dalam Erlenmeyer 300 ml yang dilengkapi dengan pompa vakum;
- d. Ekstrak residu dan bahan yang masih menempel dengan 25 ml larutan etanol netral (95 %) dalam gelas piala dan saring dengan cawan Gooch yang dilengkapi pompa vakum;
- e. Ulangi prosedur ini sampai tiga kali;
- f. Terakhir uapkan etanol yang tertinggal, larutkan residu dengan ± 5 ml air panas;
- g. Endapkan kembali bahan yang tidak larut dalam etanol dengan penambahan sedikit – sedikit 50 ml etanol (absolut) sambil diaduk;
- h. Panaskan larutan hingga mendidih di atas penangas air;
- i. Saring dengan kertas saring;
- j. Pindahkan residu dari kertas saring ke dalam cawan Gooch;
- k. Bilas cawan Gooch dengan etanol netral (95%) beberapa kali;
- l. Bilas bahan tak larut dalam etanol yang tertinggal di cawan Gooch dengan air panas sampai larutan tidak alkali dengan indikator fenolftalein;
- m. Keringkan cawan Gooch dan residu di dalam oven (105 ± 2) $^{\circ}\text{C}$;
- n. Dinginkan dalam desikator sampai bobot tetap (w_2).

6.2.5 Perhitungan

Bahan tidak larut dalam air = $\frac{W_2 - W_1}{w}$ ahan

Keterangan:

Bahan tidak larut dalam air, % fraksi massa;

w adalah bobot contoh uji, g;

w₁ adalah bobot penyaring kosong, g;

w₂ adalah bobot penyaring berisi endapan, g

6.3 Total kadar surfaktan

Total kadar surfaktan dalam detergen adalah bahan yang larut dalam etanol dikurangi dengan bahan yang larut dalam petroleum eter. Bahan aktif penyusun detergen (surfaktan anionik, nonionik, kationik dan amfoterik) maupun bahan selain bahan aktif penyusun detergen (bahan organik yang tidak bereaksi, parfum, lemak alkanolamida, asam lemak bebas dan wax) dapat terlarut dalam etanol. Bahan selain bahan aktif penyusun detergen dapat terlarut juga dalam petroleum eter.

6.3.1 Penentuan zat yang larut dalam etanol

6.3.1.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam etanol dan berat dari zat yang terlarut dalam etanol akan diperoleh.

6.3.1.2 Pereaksi

- Etanol 95 %
- Etanol 99,5 %

6.3.1.3 Peralatan

- Labu Erlenmeyer;
- Pendingin tegak dengan tinggi minimal 65 cm;
- Neraca analitik dengan ketelitian 1 mg;
- Penangas air;
- Penyaring gelas;
- Gelas piala 200 ml;
- Labu ukur 250 ml;
- Pipet Volumetri 100 ml;
- Oven (105 ± 2) °C.

6.3.1.4 Prosedur

- Timbang (5 ± 0,001) g contoh (S), masukkan ke dalam Erlenmeyer 300 ml;
- Tambahkan 100 ml etanol (99,5%), hubungkan dengan pendingin tegak kemudian panaskan selama 30 menit di atas penangas air sambil sesekali diaduk;
- Saring larutan hangat dengan menggunakan penyaring gelas dan bilas sisa larutan yang menempel pada Erlenmeyer dengan 50 ml etanol (95%);
- Dinginkan filtrat sampai suhu ruang;
- Pindahkan filtrat ke dalam labu ukur 250 ml dan tambahkan etanol (95%) sampai tanda tera;
- Ambil dengan pipet volumetri 100 ml dan pindahkan ke gelas piala 200 ml yang telah diketahui bobot kosongnya;

- g. Panaskan di atas penangas air untuk menghilangkan etanolnya;
- h. Keringkan di dalam oven (105 ± 2) °C selama 1 jam;
- i. Dinginkan dalam desikator sampai bobot tetap lalu timbang;
- j. Hitung kadar bahan yang larut dalam etanol menggunakan persamaan :

$$C_{et} = \frac{A}{S \times \left(\frac{100}{250}\right)} \times 100 = \frac{250 \times A}{S}$$

Keterangan:

C_{et} adalah bahan yang larut dalam etanol, %;

A adalah sisa bahan setelah pengeringan, g;

S adalah bobot contoh, g;

$\left(\frac{100}{250}\right)$ adalah $\left(\frac{\text{volume filtrat yang dipipet, mL}}{\text{volume akhir contoh, mL}}\right)$

6.3.2 Penentuan zat yang larut dalam petroleum eter

6.3.2.1 Prinsip

Larutan contoh dengan campuran air-etanol diekstraksi dengan petroleum eter untuk memperoleh bahan yang larut dalam petroleum eter.

6.3.2.2 Pereaksi

- a. Petroleum eter, didistilasi pada suhu (30 – 60) °C ;
- b. Larutan campuran air – etanol, campuran etanol dan air dalam jumlah yang sama
- c. Natrium sulfat anhidrat;
- d. 0,5 mol/l larutan Natrium Hidroksida;
- e. Larutan fenolftalein 1 % (larutan indikator), 1 g fenolftalein dilarutkan di dalam etanol 100 ml etanol (95%).

6.3.2.3. Peralatan

- a. Labu Erlenmeyer 300 ml;
- b. Neraca analitik dengan ketelitian 1 mg;
- c. Corong pemisah;
- d. Penangas air;
- e. Kertas saring.

6.3.2.4 Prosedur

- a. Timbang ($10 \pm 0,001$) g contoh masukkan ke dalam Erlenmeyer 300 ml;
- b. Larutkan dalam 200 ml campuran air – etanol,
- c. Saring jika ada bagian yang tidak larut;
- d. Tambahkan 0,5 mol/l larutan Natrium hidroksida 5 ml, teteskan larutan indikator fenolftalein untuk memastikan bahwa larutan telah basa;
- e. Pindahkan ke corong pemisah 500 ml, ekstrak tiga kali dengan 50 ml petroleum eter. Jika emulsi semakin banyak, tambahkan sedikit etanol untuk menghilangkannya;
- f. Pada lapisan petroleum eter cuci tiga kali dengan 30 ml larutan campuran air – alkohol, dan cuci dua kali dengan 30 ml air suling;
- g. Keringkan dengan natrium sulfat anhidrat sampai tidak ada lapisan air;
- h. Saring dengan menggunakan kertas saring kering yang telah diketahui bobotnya pada labu erlenmeyer;
- i. Uapkan petroleum eter pada penangas air, biarkan labu Erlenmeyer di dalam desikator sampai suhu ruang;

- j. Timbang sampai bobot tetap;
- k. Hitung kadar zat yang larut dalam petroleum eter menggunakan persamaan :

$$C_{pe} = \frac{A}{S} \times 100$$

Keterangan :

C_{pe} adalah zat yang larut dalam petroleum eter, %

A adalah jumlah yang terekstraksi dalam petroleum eter, g;

S adalah bobot contoh, g.

6.3.3 Penentuan total kadar surfaktan

$$\text{Total kadar surfaktan (\%)} = C_{et} - C_{pe}$$

Keterangan:

Total kadar surfaktan, %;

C_{et} adalah bahan yang larut dalam etanol, %;

C_{pe} adalah bahan yang larut dalam petroleum eter, %.

6.4 Specific Gravity

6.4.1 Prinsip

Perbandingan bobot contoh dengan bobot air pada volume dan suhu yang sama.

6.4.2 Pereaksi

- a. Etanol;
- b. Dietil eter;
- c. Asam kromat (H_2CrO_4);
- d. Asam sulfat (H_2SO_4 , SG 1,84);
- c. Air suling.

6.4.3 Peralatan

- a. Piknometer 25 ml yang dilengkapi dengan termometer;
- b. Penangas air dengan ketelitian $\pm 0,05^\circ C$;
- c. Neraca analitik (sampai bobot $150\text{ g} \pm 0,1\text{ mg}$).

6.4.4 Prosedur

- a. Bersihkan piknometer dengan cara mengisinya dengan larutan jenuh asam kromat (H_2CrO_4) dalam asam sulfat (H_2SO_4 , SG 1,84), biarkan selama beberapa jam lalu bilas dengan air suling;
- b. Isi piknometer dengan air mendidih yang telah didinginkan $\pm 2^\circ C$ di bawah suhu uji ($25^\circ C$);
- c. Letakkan dalam penangas air dan pertahankan pada suhu $(25 \pm 0,05)^\circ C$ sampai piknometer beserta isinya berada pada volume dan suhu konstan;
- d. Rendam dalam penangas air minimal 30 menit;
- e. Tambahkan cairan pada piknometer sampai berlebih lalu tutup;
- f. Keluarkan dari penangas air dan keringkan permukaan piknometer dengan lap lalu timbang;
- g. Kosongkan piknometer dan bilas berturut-turut dengan etanol dan dietil eter serta hilangkan uap eter;

- h. Letakkan dalam penangas air dan pertahankan pada suhu $(25 \pm 0,05)^{\circ}\text{C}$ seperti yang dilakukan sebelumnya;
- i. Rendam dalam penangas air minimal 30 menit lalu tutup;
- j. Keluarkan dari penangas air dan keringkan permukaan piknometer dengan lap lalu timbang;
- k. Kurangi bobot piknometer kosong dari bobot ketika diisi dengan air untuk mendapatkan bobot air pada suhu uji di udara (W);
- l. Isi piknometer dengan contoh yang telah didinginkan $\pm 2^{\circ}\text{C}$ di bawah suhu uji (25°C);
- m. Letakkan dalam penangas air dan pertahankan pada suhu $(25 \pm 0,05)^{\circ}\text{C}$ seperti yang dilakukan sebelumnya;
- n. Rendam dalam penangas air minimal 30 menit lalu tutup;
- o. Keluarkan dari penangas air dan keringkan permukaan piknometer dengan lap lalu timbang;
- p. Kurangi bobot piknometer kosong dari bobot ketika diisi dengan contoh untuk mendapatkan bobot contoh pada suhu uji (S).

6.4.5 Perhitungan

$$\text{Specific Gravity } (25^{\circ}\text{C}/25^{\circ}\text{C}) = \frac{S}{W}$$

Keterangan :

S adalah bobot contoh, g;

W adalah bobot air, g.

6.5 Daya biodegradasi surfaktan

6.5.1 Prinsip

Contoh uji dalam medium mineral diinokulasi dengan sejumlah campuran mikroorganisme (inokulum) kemudian dimasukkan dalam botol dengan volume penuh, disimpan pada ruang gelap pada temperatur konstan. Degradasi diuji dengan analisis oksigen terlarut/ *Dissolved Oxygen* (DO) selama 28 hari. Jumlah Oksigen yang digunakan mikroba selama proses biodegradasi terhadap contoh uji atau jumlah Oksigen terlarut pada proses pengujian dikoreksi dengan Oksigen pada blangko, dan dinyatakan sebagai persentase kebutuhan oksigen kimia/ *Chemical Oxygen Demand* (COD).

6.5.2 Pereaksi

- a. Air bebas ion atau akuades;
- b. Kalium dihidrogen orthofosfat, KH_2PO_4 ;
- c. Dikalium hidrogen orthofosfat, K_2HPO_4 ;
- d. Dinatrium hidrogen orthofosfat dehidrat, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;
- e. Amonium klorida, NH_4Cl ;
- f. Kalsium klorida anhidrat, CaCl_2 atau kalsium klorida dihidrat, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;
- g. Magnesium sulfat heptahidrat, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$;
- h. Besi (III) klorida hexahidrat, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
- i. Natrium asetat CH_3COONa atau natrium benzoat $\text{C}_6\text{H}_5\text{COONa}$ sebagai larutan referensi.

6.5.3 Peralatan

- Botol BOD dengan tutup asah 250 ml sampai 300 ml atau 100 ml sampai 125 ml minimal 70 botol;
- Penangas air atau inkubator, untuk menjaga botol pada suhu konstan (± 1 °C);
- Botol kaca 5 l sampai 10 l untuk persiapan media;
- DO meter atau peralatan dan reagen untuk titrasi Winkler.

6.5.4 Prosedur

6.5.4.1 Pembuatan larutan induk untuk medium mineral

Persiapan larutan induk, menggunakan bahan – bahan kimia pro analisa (p.a):

- Larutkan 8,50 g kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4); 21,75 g dikalium hydrogen fosfat (K_2HPO_4); 33,40 g dinatrium hydrogen fosfat dihidrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dan 0,50 g amonium klorida (NH_4Cl) dalam 1 l air bebas mineral/air suling. pH larutan akan menjadi 7,4. Bila tidak, maka diatur pada $7,4 \pm 0,2$ dengan penambahan HCl 0,1 N atau NaOH 0,1 N;
- Larutkan 27,50 g kalsium klorida anhidrat (CaCl_2) atau 36,40 g ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dalam 1 l air bebas mineral /air suling;
- Larutkan 22,50 g magnesium sulfat heptahidrat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dalam 1 l air bebas mineral/air suling;
- Larutkan 0,25 g besi (III) klorida hexahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dalam 1 l air bebas mineral/air suling.

CATATAN 1 Untuk menghindari terjadinya kontaminasi terhadap larutan induk sebelum digunakan, tambahkan 1 tetes HCl pekat atau 0,4 g ethylene-diaminetetra-acetic acid (EDTA) (garam disodium) per-Liter larutan.

CATATAN 2 Jika larutan induk terbentuk endapan, ganti dengan larutan induk yang baru dibuat.

6.5.4.2 Persiapan medium mineral

A. Volume total medium mineral:

$$V_{\text{MM}} = n_{\text{botol}} \times V_{\text{botol}}$$

Keterangan:

V_{MM}	adalah volume medium mineral, ml
n_{botol}	adalah jumlah botol BOD yang digunakan
V_{botol}	adalah volume botol BOD yang digunakan,ml

Contoh perhitungan:

Jika jumlah botol BOD 100 ml yang digunakan adalah 70 buah maka volume total medium mineral adalah:

$$V_{\text{MM}} = 70 \text{ buah} \times 100 \text{ ml} = 7.000 \text{ ml} \approx 10.000 \text{ ml} \approx 10 \text{ l}$$

B. Pembuatan medium mineral:

- Masukkan masing-masing 1 ml larutan induk (a), (b), (c) dan (d) pada 6.5.4.1 ke dalam Erlenmeyer 1 l;
- tambahkan 800 ml air bebas mineral/air suling jenuh oksigen dengan DO 9 mg/l pada suhu 20 °C, aduk hingga homogen lalu tepatkan sampai 1 l;
- buat medium mineral ini sejumlah 6.5.4.2.B;

CATATAN Penjenuhan oksigen dapat dilakukan dengan mengalirkan oksigen ke medium mineral dengan menggunakan aerator yang dilengkapi filter bebas organik. Apabila digunakan udara tekan, udara tersebut tidak boleh mengandung zat-zat lain seperti minyak, air, dan gas.

6.5.4.3 Pembuatan Inokulum (bibit mikroba)**Cara 1**

- Ambil supernatan dari efluen pengolahan limbah sekunder atau unit skala laboratorium yang mengolah limbah domestik;
- Biarkan mengendap selama 1 jam atau saring dengan kertas penyaring kasar;
- Jaga filtrat tetap dalam kondisi aerobik sampai dengan pemakaian;
- Masukkan satu tetes (0,05 ml) sampai 5 ml filtrat untuk setiap liter medium mineral untuk mendapatkan jumlah mikroba sebanyak (10^4 - 10^6) sel/l. Uji coba diperlukan untuk memperoleh volume optimum.

CATATAN Analisis perhitungan mikroba dilakukan menurut *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Pour Plate Method (9215 B)*.

Cara 2

Suspensi bibit mikroba dapat dibuat dari *BOD seed* yang tersedia secara komersial.

6.5.4.4 Pembuatan larutan induk untuk contoh uji

Buat larutan induk contoh uji dengan konsentrasi 1.000 mg/l dengan cara menimbang 1.000 mg contoh dan larutkan dalam 1 l air suling.

6.5.4.5 Penentuan volume larutan induk contoh uji dalam medium mineral

Konsentrasi contoh yang diuji antara 2 mg/l sampai 10 mg/l (OECD 301D). Konsentrasi sangat tergantung pada karakteristik contoh uji. Uji coba diperlukan untuk memperoleh konsentrasi optimum yang dapat menghasilkan penurunan oksigen terlarut maksimal 1,5 mg/l setelah inkubasi 28 hari dan konsentrasi oksigen terlarut pada botol uji BOD setiap saat tidak boleh di bawah 0,5 mg/l.

Volume larutan induk contoh uji dalam medium mineral dapat ditentukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$V_c = \frac{V_2 \times N_2}{N_c}$$

Keterangan:

V_c adalah volume larutan induk contoh uji dalam medium mineral, ml;

V_2 adalah volume total medium mineral (lihat 6.5.4.2.A), ml;

N_c adalah konsentrasi larutan induk contoh uji (lihat 6.5.4.4), mg/l;

N_2 adalah konsentrasi contoh yang diuji, mg/l.

Contoh perhitungan untuk konsentrasi contoh 2 mg/l:

$$V_c = \frac{V_2 \times N_2}{N_c} = \frac{10.000 \text{ ml} \times 2 \text{ mg/l}}{1.000 \text{ ml}} = 20 \text{ ml}$$

Ambil 20 ml larutan induk, masukkan ke dalam Erlenmeyer 10 l. Tambahkan medium mineral hingga mencapai 10 l.

6.5.4.6 Pembuatan larutan induk untuk larutan referensi

Buat larutan induk untuk larutan referensi dengan konsentrasi 1.000 mg/l dengan cara menimbang 1.000 mg larutan referensi dan larutkan dalam 1 l air suling.

6.5.4.7 Penentuan volume larutan referensi dalam medium mineral

Konsentrasi larutan referensi sama dengan konsentrasi larutan induk contoh uji yang digunakan.

Volume larutan referensi dalam medium mineral dapat ditentukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$V_r = \frac{V_2 \times N_2}{N_r}$$

Keterangan:

V_r adalah volume larutan referensi dalam medium mineral, ml;

V_2 adalah volume total medium mineral (lihat 6.5.4.2.A), ml;

N_r adalah konsentrasi larutan induk untuk larutan referensi (lihat 6.5.4.6), mg/l;

N_2 adalah konsentrasi larutan referensi, mg/l.

Contoh perhitungan untuk konsentrasi referensi 2 mg/l:

$$V_r = \frac{V_2 \times N_2}{N_r} = \frac{10.000 \text{ ml} \times 2 \text{ mg/l}}{1.000 \text{ ml}} = 20 \text{ ml}$$

Ambil 20 ml larutan induk untuk larutan referensi, masukkan ke dalam Erlenmeyer 10 l. Tambahkan medium mineral hingga mencapai 10 l.

6.5.4.8 Persiapan botol BOD

Siapkan botol BOD satu seri pengujian untuk 2 varian konsentrasi contoh uji dan pengujian duplo dengan interval waktu pengujian 0, 7, 14, 21 dan 28 hari.

A. 20 (dua puluh) botol berisi contoh uji dan inokulum (larutan uji):

- Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
- Masukkan larutan induk contoh uji dengan 2 varian konsentrasi (6. 5.4.5);
- Pindahkan larutan tersebut ke dalam 20 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
- Beri identitas $AX_{(0)1}$, $AX_{(0)2}$, $AX_{(7)1}$, $AX_{(7)2}$, $AX_{(14)1}$, $AX_{(14)2}$, $AX_{(21)1}$, $AX_{(21)2}$, $AX_{(28)1}$, $AX_{(28)2}$ untuk konsentrasi X mg/l serta identitas $AY_{(0)1}$, $AY_{(0)2}$, $AY_{(7)1}$, $AY_{(7)2}$, $AY_{(14)1}$, $AY_{(14)2}$, $AY_{(21)1}$, $AY_{(21)2}$, $AY_{(28)1}$, $AY_{(28)2}$ untuk konsentrasi Y mg/l. Inkubasi pada suhu 20 °C dalam kondisi gelap.
- Ukur oksigen terlarut pada botol $AX_{(0)1}$, $AX_{(0)2}$, $AY_{(0)1}$, $AY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter yang terkalibrasi atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi

Azida) sesuai SNI 6989.14. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan;

- f. Ulangi prosedur 6.5.4.8.A.e untuk botol $AX_{(7)1}$, $AX_{(7)2}$, $AY_{(7)1}$, $AY_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $AX_{(14)1}$, $AX_{(14)2}$, $AY_{(14)1}$, $AY_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $AX_{(21)1}$, $AX_{(21)2}$, $AY_{(21)1}$, $AY_{(21)2}$ yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $AX_{(28)1}$, $AX_{(28)2}$, $AY_{(28)1}$, $AY_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

B. 10 (sepuluh) botol berisi inokulum (blanko inokulum):

- a. Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
- b. Pindahkan larutan tersebut ke dalam 10 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
- c. Beri identitas $BX_{(0)1}$, $BX_{(0)2}$, $BX_{(7)1}$, $BX_{(7)2}$, $BX_{(14)1}$, $BX_{(14)2}$, $BX_{(21)1}$, $BX_{(21)2}$, $BX_{(28)1}$, $BX_{(28)2}$. Inkubasi pada suhu 20 °C dalam kondisi gelap.
- d. Ukur oksigen terlarut pada botol $BX_{(0)1}$, $BX_{(0)2}$, $BY_{(0)1}$, $BY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter yang terkalibrasi atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi Azida) sesuai SNI 6989.14-2004. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan;
- e. Ulangi prosedur 6.5.4.8.B.d untuk botol $BX_{(7)1}$, $BX_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $BX_{(14)1}$, $BX_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $BX_{(21)1}$, $BX_{(21)2}$, yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $BX_{(28)1}$, $BX_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

C. 20 (dua puluh) botol berisi larutan referensi dan inokulum (kontrol prosedur):

- a. Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
- b. Masukkan larutan induk untuk larutan referensi dengan 2 varian konsentrasi (6.5.4.7);
- c. Pindahkan larutan tersebut ke dalam 20 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
- d. Beri identitas $CX_{(0)1}$, $CX_{(0)2}$, $CX_{(7)1}$, $CX_{(7)2}$, $CX_{(14)1}$, $CX_{(14)2}$, $CX_{(21)1}$, $CX_{(21)2}$, $CX_{(28)1}$, $CX_{(28)2}$ untuk konsentrasi X mg/l serta identitas $CY_{(0)1}$, $CY_{(0)2}$, $CY_{(7)1}$, $CY_{(7)2}$, $CY_{(14)1}$, $CY_{(14)2}$, $CY_{(21)1}$, $CY_{(21)2}$, $CY_{(28)1}$, $CY_{(28)2}$ untuk konsentrasi Y mg/l. Inkubasi pada suhu 20 °C dalam kondisi gelap.
- e. Ukur oksigen terlarut pada botol $CX_{(0)1}$, $CX_{(0)2}$, $CY_{(0)1}$, $CY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter yang terkalibrasi atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi Azida) sesuai SNI 6989.14. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan;
- f. Ulangi prosedur 6.5.4.8.C.e untuk botol $CX_{(7)1}$, $CX_{(7)2}$, $CY_{(7)1}$, $CY_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $CX_{(14)1}$, $CX_{(14)2}$, $CY_{(14)1}$, $CY_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $CX_{(21)1}$, $CX_{(21)2}$, $CY_{(21)1}$, $CY_{(21)2}$ yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $CX_{(28)1}$, $CX_{(28)2}$, $CY_{(28)1}$, $CY_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

D. 20 (dua puluh) botol berisi contoh uji, larutan referensi dan inokulum (kontrol toksisitas):

- Masukkan inokulum (6.5.4.3) ke dalam medium mineral (6.5.4.2.B). Aerasi minimum 20 menit lalu diamkan selama 20 jam pada suhu 20 °C;
- Masukkan larutan induk contoh uji dengan 2 varian konsentrasi (6.5.4.5) serta larutan induk untuk larutan referensi dengan 2 varian konsentrasi (6.5.4.7).
- Pindahkan larutan tersebut ke dalam 20 botol BOD sampai meluap, tutup masing-masing botol secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Kocok beberapa kali secara hati-hati;
- Beri identitas $DX_{(0)1}$, $DX_{(0)2}$, $DX_{(7)1}$, $DX_{(7)2}$, $DX_{(14)1}$, $DX_{(14)2}$, $DX_{(21)1}$, $DX_{(21)2}$, $DX_{(28)1}$, $DX_{(28)2}$ untuk konsentrasi X mg/l serta identitas $DY_{(0)1}$, $DY_{(0)2}$, $DY_{(7)1}$, $DY_{(7)2}$, $DY_{(14)1}$, $DY_{(14)2}$, $DY_{(21)1}$, $DY_{(21)2}$, $DY_{(28)1}$, $DY_{(28)2}$ untuk konsentrasi Y mg/l. Inkubasi pada suhu 20 °C dalam kondisi gelap.
- Ukur oksigen terlarut pada botol $DX_{(0)1}$, $DX_{(0)2}$, $DY_{(0)1}$, $DY_{(0)2}$ dengan menggunakan DO meter atau metode Winkler/metode titrasi secara iodometri (modifikasi Azida) sesuai SNI 6989.14. Hasil pengukuran merupakan nilai oksigen terlarut nol hari. Pengukuran oksigen terlarut nol hari harus segera dilakukan.
- Ulangi prosedur 6.5.4.8.D.e untuk botol $DX_{(7)1}$, $DX_{(7)2}$, $DY_{(7)1}$, $DY_{(7)2}$ yang telah diinkubasi selama 7 hari, botol $DX_{(14)1}$, $DX_{(14)2}$, $DY_{(14)1}$, $DY_{(14)2}$ yang telah diinkubasi selama 14 hari, botol $DX_{(21)1}$, $DX_{(21)2}$, $DY_{(21)1}$, $DY_{(21)2}$ yang telah diinkubasi selama 21 hari, botol $DX_{(28)1}$, $DX_{(28)2}$, $DY_{(28)1}$, $DY_{(28)2}$ yang telah diinkubasi selama 28 hari. Masukkan data pengujian dalam lembar data (Lampiran A).

6.5.5 Perhitungan

$$BOD = \frac{\text{mg O}_2/\text{l uptake contoh uji} - \text{O}_2/\text{l uptake blanko}}{\text{mg contoh uji/l dalam botol}} = \text{mg O}_2/\text{mg contoh uji}$$

$$\% \text{ degradasi} = \frac{BOD \text{ (mg O}_2/\text{mg contoh uji)}}{COD \text{ (mg O}_2/\text{mg contoh uji)}} \times 100$$

Keterangan:

COD diukur dengan menggunakan SNI 6989.2.

7 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan keterangan sekurang-kurangnya:

- nama barang;
- nama dan alamat perusahaan;
- nomor kontak layanan;
- isi bersih;
- kadar total surfaktan/bahan aktif;
- kode produksi
- petunjuk cara penggunaan dalam Bahasa Indonesia.

8 Pengemasan

Detergen cuci cair dikemas dalam kemasan tertutup, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

**Lampiran A
(Informatif)
Lembar data uji botol tertutup**

1. Nama Laboratorium:

2. Tanggal mulai pengujian:.....

3. Contoh uji:

Nama :

COD : mg O₂/mg contoh uji

4. Inokulum

Sumber :

Perlakuan yang diberikan:

Pra-persiapan, jika ada :

Konsentrasi : ml/l

5. Penentuan DO

Metode : Winkler/ DO meter

NO	Botol	Hasil pengukuran rata-rata DO (mg O ₂ /l)									
		Hari ke- (0)		Hari ke- (7)		Hari ke- (14)		Hari ke- (21)		Hari ke- (28)	
A	Contoh dan inokulum										
	X (... mg/l)	AX ₍₀₎₁	AX ₍₀₎₂	AX ₍₇₎₁	AX ₍₇₎₂	AX ₍₁₄₎₁	AX ₍₁₄₎₂	AX ₍₂₁₎₁	AX ₍₂₁₎₂	AX ₍₂₈₎₁	AX ₍₂₈₎₂
	Y (... mg/l)	AY ₍₀₎₁	AY ₍₀₎₂	AY ₍₇₎₁	AY ₍₇₎₂	AY ₍₁₄₎₁	AY ₍₁₄₎₂	AY ₍₂₁₎₁	AY ₍₂₁₎₂	AY ₍₂₈₎₁	AY ₍₂₈₎₂
B	Inokulum	BX ₍₀₎₁	BX ₍₀₎₂	BX ₍₇₎₁	BX ₍₇₎₂	BX ₍₁₄₎₁	BX ₍₁₄₎₂	BX ₍₂₁₎₁	BX ₍₂₁₎₂	BX ₍₂₈₎₁	BX ₍₂₈₎₂
C	Referensi dan inokulum										
	X (... mg/l)	CX ₍₀₎₁	CX ₍₀₎₂	CX ₍₇₎₁	CX ₍₇₎₂	CX ₍₁₄₎₁	CX ₍₁₄₎₂	CX ₍₂₁₎₁	CX ₍₂₁₎₂	CX ₍₂₈₎₁	CX ₍₂₈₎₂
	Y (... mg/l)	CY ₍₀₎₁	CY ₍₀₎₂	CY ₍₇₎₁	CY ₍₇₎₂	CY ₍₁₄₎₁	CY ₍₁₄₎₂	CY ₍₂₁₎₁	CY ₍₂₁₎₂	CY ₍₂₈₎₁	CY ₍₂₈₎₂
D	Contoh, referensi dan inokulum										
	X (... mg/l)	DX ₍₀₎₁	DX ₍₀₎₂	DX ₍₇₎₁	DX ₍₇₎₂	DX ₍₁₄₎₁	DX ₍₁₄₎₂	DX ₍₂₁₎₁	DX ₍₂₁₎₂	DX ₍₂₈₎₁	DX ₍₂₈₎₂
	Y (... mg/l)	DY ₍₀₎₁	DY ₍₀₎₂	DY ₍₇₎₁	DY ₍₇₎₂	DY ₍₁₄₎₁	DY ₍₁₄₎₂	DY ₍₂₁₎₁	DY ₍₂₁₎₂	DY ₍₂₈₎₁	DY ₍₂₈₎₂

6. Penurunan DO : % Degradasi (%D):

	Penurunan setelah n hari (mg/l)			
	n ₁	n ₂	n ₃	n _x
$(m_b - a_1)^{(1)}$				
$(m_b - a_2)^{(1)}$				
$\% D_{a1} = \frac{(m_b - a_1)^{(1)}}{\text{contoh uji (mg/l)} \times \text{ThOD}}$				
$\% D_{a2} = \frac{(m_b - a_2)^{(1)}}{\text{contoh uji (mg/l)} \times \text{ThOD}}$				
$\% D_{\text{mean}} = \frac{D_{a1} + D_{a2}}{2}$				

*Jangan ambil rata-rata jika perbedaan signifikan di antara kedua replika.

(1) Asumsinya bahwa $m_{b(0)} = a_{1(0)} = a_{2(0)}$, dimana

$m_{b(0)}$ = nilai blanko saat hari ke-0

$a_{1(0)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-0 dalam botol 1

$a_{2(0)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-0 dalam botol 2

Jika $m_{b(0)}$ tidak setara dengan $a_{1(0)}$ atau $a_{2(0)}$, gunakan

$(a_{1(0)} - a_{1(x)}) - (m_{b(0)} - m_{b(x)})$ dan $(a_{2(0)} - a_{2(x)}) - (m_{b(0)} - m_{b(x)})$, dimana

$m_{b(x)}$ = rata-rata nilai blanko pada hari ke-x

$a_{1(x)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-x dalam botol 1

$a_{2(x)}$ = nilai contoh uji saat hari ke-x dalam botol 2

7. Grafik % degradasi contoh uji terhadap waktu dan % degradasi referensi terhadap waktu**8. Penurunan DO Blanko**

Konsumsi oksigen oleh blanko: $(m_{b(0)} - m_{b(28)})$ mg/l. Konsumsi oksigen oleh blanko ini penting untuk validitas uji dan nilainya maksimum 1,5 mg/l

Bibliografi

ASTM D1172-15. (2015), *Standard Guide for pH of Aqueous Solutions of Soaps and Detergents*

ASTM D891 – 09. 2009, *Standard Test Methods for Specific Gravity, Apparent, of Liquid Industrial Chemicals*

JIS K 3362–1990, *Testing methods for synthetic detergents.*

OECD Guidelines for the Testing of Chemicals, Section 3 Degradation and Accumulation Test No. 301: Ready Biodegradability (1992)

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Pour Plate method (9215 B).





Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis Perumus SNI

Komite Teknis 71-03, Kimia Pembersih

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis 71-03, Kimia Pembersih

Ketua : Sumarsono
Sekretaris : Risdianto
Anggota :
1. Irwansyah
2. Murboyudo Joyosuyono
3. Lanny Widjaja
4. Nur Hidayati
5. Warsiti
6. Anastasia Riany
7. Rini Panca Ariyani
8. Yusup Santoso
9. Sumiratinah
10. Kurnia Hanafiah
11. Natalya Kurniawati

[3] Konseptor RSNI

Irma Rumondang
Balai Besar Kimia dan Kemasan

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri,
Kementerian Perindustrian
Jl. Jenderal Gatot Subroto Kav. 52-53, Jakarta Selatan - 12950